



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 44 08 057 A 1

51 Int. Cl.⁶:
G 01 N 23/223
G 21 K 1/08

21 Aktenzeichen: P 44 08 057.3
22 Anmeldetag: 7. 3. 94
43 Offenlegungstag: 14. 9. 95

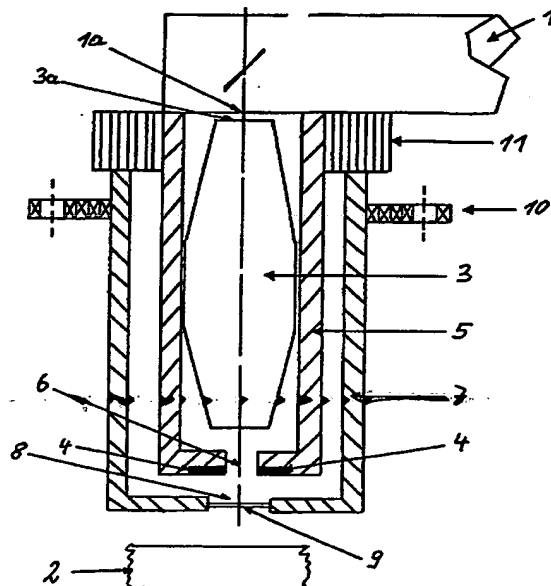
DE 44 08 057 A 1

71 Anmelder:
IFG-Institut für Gerätebau GmbH, 10439 Berlin, DE
74 Vertreter:
Patentanwälte Gulde Hengelhaupt Ziebig, 10785 Berlin

72 Erfinder:
Lenghoff, Norbert, Prof., 12526 Berlin, DE;
Kumachov, Muradin Abubekirovič, Prof.,
Moskau/Moskva, RU; Gorny, Hans-Eberhard, 12435 Berlin, DE

64 Verfahren und Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie

57 Die Erfindung beschreibt ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie, wobei die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung ein Meßobjekt zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung anregt und diese Fluoreszenzstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird. Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß durch den Verlauf der von einer Strahlungsquelle ausgesandten Strahlung durch mindestens ein Optikelement, welches aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren, beispielsweise aus Glas, besteht und in welchem die Strahlung parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird und nach Verlassen des Optikelementes auf das Meßobjekt trifft, dort die Fluoreszenzstrahlung erzeugt und die so erzeugte Fluoreszenzstrahlung von in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten Detektoren empfangen wird, sowohl eine räumlich entfernte Anordnung der Strahlungsquelle vom Meßobjekt als auch die Verwendung von Strahlungsquellen mit geringer Strahlungsintensität ermöglicht wird. Spezielle Anwendungen der Erfindung sind die Schichtdickenmessung, die Kopplung der Röntgenfluoreszenzspektroskopie mit der Mikroskopie, die Realisierung einer Zeilenoptik sowie die Realisierung eines einfachen, aber leistungsfähigen Tomographen. Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur kontinuierlichen zerstörungsfreien Messung der Schichtdicke während des Schichtherstellungsprozesses ist in der Figur 1 dargestellt.



DE 44 08 057 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie, wobei die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung ein Meßobjekt zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung anregt und diese Fluoreszenzstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird.

Die Erfindung ist anwendbar beispielsweise auf den Gebieten der Meßtechnik, insbesondere der Prozeßmeßtechnik, der Materialdiagnostik und der Medizin.

Als neues Anwendungsgebiet erschlossen wird die kontinuierliche Schichtdickenmessung, die Kopplung der Röntgenfluoreszenzspektroskopie mit der Lichtmikroskopie sowie die neuartige Realisierung von Röntgenzeilenoptiken und Tomographen.

Die Anwendung von Röntgenstrahlung in der Stoff- und Strukturanalytik sowie in der medizinischen Diagnostik und Therapie hat eine lange Tradition. Fortschritte in der Anwendung und bei der spezifischen Gerätetechnik sind immer dann eingetreten, wenn Forschungs- und Entwicklungsergebnisse anderer Fachdisziplinen und Fachbereiche übertragen und angewandt werden konnten.

Es war beispielsweise eine langgehegte Hoffnung von Physikern und Ingenieuren, Bauelemente in die Hand zu bekommen, die eine analoge Beeinflussung von Röntgenstrahlung gestatten, wie dies im optischen Bereich durch die Verwendung von Glas für Linsen oder Lichtleiter möglich ist.

Die Entwicklung und Anwendung derartiger Optiken verlief jedoch bislang im wesentlichen im Rahmen militärischer Projekte. Eine zivile Nutzung und Anwendung ist bisher nicht bekannt.

Die klassische Röntgenfluoreszenzspektroskopie findet seit langem in der Materialanalyse Verwendung.

Technisch wird bei der Röntgenfluoreszenzspektroskopie so vorgegangen, daß die zu untersuchende Probe mit der polychromatischen Strahlung einer Röntgenröhre oder der monochromatischen Strahlung einer Nuklidquelle zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung angeregt wird. Die Röntgenfluoreszenzstrahlung entsteht, wenn durch Röntgenquanten Elektronen in den Atomen von den inneren Schalen auf weiter außen gelegene Schalen gehoben werden und zum Ersatz andere Schalen-Elektronen zurückfallen. Die Fluoreszenzanregung ist auch mit Gamma-Elektronen- oder Ionenstrahlen möglich. Die Sekundärstrahlung wird geeignet registriert und die Signale werden elektronisch weiter verarbeitet.

Jedes von einem Element emittierte Röntgenfluoreszenzspektrum besteht im Gegensatz zu dem linienreichen optischen Spektrum aus nur wenigen charakteristischen Linien, anhand derer es eindeutig identifiziert werden kann. Zur quantitativen Analyse wird neben der Energie auch die Intensität der emittierten Strahlung gemessen, denn diese ist proportional dem Gehalt des betreffenden Elements in der Probe, das heißt, dem Produkt aus Schichtdicke und Konzentration.

Somit ist die Röntgenfluoreszenzspektroskopie prinzipiell auch zur Bestimmung der Schichtdicke geeignet.

Nachteilig an den bisher bekannten Methoden und Röntgenfluoreszenzspektroskopieeinrichtungen ist, daß sowohl die Strahlungsquelle als auch das Detektionssystem konstruktiv in unmittelbarer Nähe des Meßortes angeordnet sein müssen.

Die Größe dieser Baugruppen gestattete bisher keine Konstruktionslösungen, bei denen größere Verluste so-

wohl bei der Anregungs- als auch der Meßintensität vermieden werden können. Nachteilig ist ebenfalls die hieraus resultierende hohe notwendige Strahlungsintensität der Strahlungsquelle.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie zu schaffen, wobei die Strahlungsquelle nicht in unmittelbarer Nähe des Meßobjektes angeordnet sein muß, Strahlungsquellen geringer Intensität verwendet werden können und mit einfachen und preiswerten Mitteln sowohl kontinuierliche als auch diskontinuierliche Messungen und Analysen durchgeführt werden können.

Es ist weiterhin Aufgabe der Erfindung, neue Anwendungsgebiete für Röntgenoptiken zu erschließen.

Diese Aufgaben werden erfindungsgemäß gelöst durch die Merkmale im kennzeichnenden Teil der Ansprüche 1 und 6 in Verbindung mit den jeweiligen Oberbegriffen sowie die Ansprüche 16 bis 19.

Zweckmäßige Ausgestaltungen der Erfindung sind in den jeweiligen Unteransprüchen enthalten.

Der besondere Vorteil der Erfindung besteht darin, daß durch den Verlauf der von einer Strahlenquelle ausgesandten Strahlung durch ein Optikelement, in welchem die Strahlung parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird und unmittelbar nach Verlassen der Optikelemente auf das Meßobjekt trifft, dort die Fluoreszenzstrahlung erzeugt und die Fluoreszenzstrahlung von in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten Detektionssystemen empfangen wird, sowohl eine räumlich entfernte Anwendung der Strahlungsquelle vom Meßobjekt als auch die Verwendung von Strahlungsquellen mit geringer Strahlungsintensität ermöglicht wird.

Durch die Ausbildung des Optikelementes aus anorganischen oder organischen Materialien oder einer Kombination daraus und die Gestaltung als eine Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren, wobei die anorganischen Materialien beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und die organischen Materialien Polymere und/oder Polymergemische und/oder Komposite mit polymer Matrix sein können, wird erreicht, daß die Röntgenphotonen an den Innenflächen der Kapillaren total reflektiert und durch eine vorherberechnete Krümmung der Kapillaren in eine erwünschte Richtung gelenkt werden. Die zulässigen Krümmungsradien und Kapillarendurchmesser hängen von der Energie der Röntgenphotonen und den optischen Forderungen generell ab.

Ein weiterer Vorteil der Erfindung besteht darin, daß die Röntgenfluoreszenzspektroskopie kontinuierlich oder diskontinuierlich erfolgt, wobei bei der kontinuierlichen Messung das Meßobjekt entlang der Optikelemente oder die Optikelemente entlang dem Meßobjekt bewegt werden.

Ein einfacher Aufbau einer erfindungsgemäßen Vorrichtung, bestehend aus mindestens einer Strahlungsquelle zur Anregung und einem Detektor zum Empfang der Fluoreszenzstrahlung wird dadurch realisiert, daß zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt mindestens ein Optikelement und in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt mindestens ein Detektor angeordnet wird.

Speziell für die kontinuierliche Messung der Schichtdicke während des Prozesses, beispielsweise der Beschichtung von Trägern mit Metallschichten; zur Oberflächenvergütung, wie das Elektronenstrahl-Metallband-Bedampfen, das Vakuum-Bedampfen von Kunststoffen oder die Spatabeschichtung von Flachglas

wird ein kostengünstiger Aufbau einer Vorrichtung unter Verwendung einer luftgekühlten Kleinröntgenröhre dadurch realisiert, daß der Strahlungsausgang der Kleinröntgenröhre mit dem Strahlungseingang eines Optikelementes verbunden ist, wobei das Optikelement in einem inneren Gehäuse, welches an seiner Unterseite eine Öffnung und Detektoren aufweist, angeordnet ist, und das innere Gehäuse von einem äußeren Gehäuse umgeben ist, welches ebenfalls eine Öffnung aufweist.

Ein zusätzlicher Vorteil der Erfindung resultiert daraus, daß durch die Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt angeordnetem Optikelementes, bestehend beispielsweise aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Glaskapillaren, zur diskontinuierlichen Materialanalyse die Kopplung mit einem Lichtmikroskop ermöglicht wird. Dieses neue Anwendungsgebiet ist besonders für solche Proben geeignet, die sich einer Präparation für die Untersuchung in Rasterelektronenmikroskopen entziehen.

Weitere neue Anwendungsgebiete der Erfindung resultieren aus der Verwendung der Optikelemente zur kontinuierlichen linienförmigen Durchstrahlung des zu untersuchenden Objektes und damit einer Zeilenoptik oder zur kontinuierlichen Durchstrahlung des zu untersuchenden Körpers unter gleichzeitiger Rotation von Strahlungsquelle, Optikelement und Empfänger als konstruktive Einheit, um das zu untersuchende Objekt sowie Verschiebung der gesamten konstruktiven Einheit in der Längsachse und damit Realisierung eines Tomographen.

Die Erfindung soll nachstehend anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert werden.

Eine erfindungsgemäße Vorrichtung zur kontinuierlichen zerstörungsfreien Messung der Schichtdicke während des Schichtherstellungsprozesses ist in der Fig. 1 dargestellt.

Der verfahrensmäßige Ablauf zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie besteht dabei darin, daß die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung ein Meßobjekt zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung anregt und diese Fluoreszenzstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird, wobei die von mindestens einer zum Meßobjekt entfernt angeordneten Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung mindestens einem Optikelement zugeführt wird, die Strahlung in den Optikelementen parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird, die Strahlung unmittelbar nach Verlassen der Optikelemente auf das Meßobjekt trifft, dort die Fluoreszenzstrahlung erzeugt und die so erzeugte Fluoreszenzstrahlung von in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten Detektoren empfangen wird.

Als Strahlungsquelle findet im vorliegenden Ausführungsbeispiel eine luftgekühlte Kleinleistungsröntgenröhre (1) Verwendung, deren Mikrofokus mit Hilfe des Optikelementes (3) auf das Meßobjekt (2) abgebildet wird. Das Optikelement (3) ist konstruktiv in einem als Kupferrohr ausgebildeten inneren Gehäuse (5) angeordnet, welches der Kühlung des Halbleiterdetektors (4) dient, der unmittelbar über dem Meßort angeordnet ist. Auf diese Weise kann ein großer Teil der in dem Meßobjekt (2) angeregten charakteristischen Strahlung vom Detektor (4) erfaßt werden. Für die Montage des Detektors (4) sind verschiedene konstruktive Lösungen möglich. Der Detektor (4) kann beispielsweise als Ringdetektor mit einer Innenbohrung ausgeführt sein. Ebenso ist ein konzentrischer Aufbau durch eine geeignete Zahl parallel betriebener Einzeldetektoren möglich, wobei

der Anregungsstrahl durch eine zwischen den Einzeldetektoren gebildeten Öffnung verläuft. Weiterhin ist es auch möglich, daß anstelle des Halbleiterdetektors andere Detektoren (4) mit geeigneten physikalischen und technischen Parametern zum Einsatz kommen.

Um einen Einbau der kompakten Vorrichtung beispielsweise in Rezipienten vornehmen zu können, aber auch um eine Wärmeisolation zu gewährleisten, wird das wärmeleitende Rohr (5) in einem weiteren als Rohr ausgebildeten äußeren Gehäuse (7), das vom Kühlrohr (5) isoliert ist, eingebracht. Dieses größere Rohr (7) ist im Falle der Montage in einen Rezipienten mit einem Flansch (10) versehen. Die elektrischen Verbindungen werden innerhalb der Vorrichtung geführt.

Das Optikelement (3) besteht aus dünnen, hohlen Glaskapillaren, welche aus einem Spezialglas hergestellt wurden. Die einzelnen Glaskapillaren werden zu dem kompletten Optikelement (3) zusammengefügt. Hierdurch wird es möglich, divergente Röntgenstrahlen zu fokussieren, divergente Röntgenstrahlen in quasiparallele Röntgenstrahlen zu wandeln, die Strahlungsrichtung der Röntgenstrahlen zu ändern bzw. umzulenken und die Röntgenstrahlung zu filtern und zu monochromatisieren.

Das innere Gehäuse (5) weist eine Öffnung (6) auf, durch welche die aus dem Optikelement (3) austretende Strahlung verläuft. Im weiteren Verlauf passiert diese Strahlung auch die in dem äußeren Gehäuse (7) angeordnete Öffnung (8) mit dem Fenster (9). Das Fenster (9) ist im vorliegenden Ausführungsbeispiel aus Berillium ausgebildet.

Die erzeugte Röntgenfluoreszenzstrahlung passiert ebenfalls die Öffnung (8) mit dem Fenster (9) und wird von den an der Außenfläche des inneren Gehäuses (5) angeordneten Detektoren (4) erfaßt und in einer nachgeschalteten, in der Figur nicht dargestellten Elektronikschaltung, ausgewertet und weiterverarbeitet.

An dem inneren Gehäuse (5) ist zur Kühlung eine Peltierbatterie (11) angeordnet.

Die vorliegende Erfindung ist keinesfalls auf die mit diesem Ausführungsbeispiel beschriebene Vorrichtung beschränkt. Vielmehr ist es möglich, durch Variation der aufgezeigten Mittel weitere Vorrichtungen zu schaffen, ohne den Rahmen der Erfindung zu verlassen.

So ist die beschriebene Konstruktion auch für eine Kopplung mit einem Lichtmikroskop geeignet. In diesem Falle wird die im Mikroskop betrachtete Probe an der für die Analyse gewünschten Stelle markiert und aus der Mikroskopstellung in die Analysenstellung transportiert. Die Kopplung eines Lichtmikroskops an einen Röntgenfluoreszenzanalytikeil erschließt insbesondere Applikationsfelder in der Medizin, Biologie, Umweltanalytik, Lebensmittelindustrie und in der pharmazeutischen Industrie. Eine derartige Kopplung ist besonders für solche Proben geeignet, die sich einer Präparation für die Untersuchung in Rasterelektronenmikroskopen entziehen.

Auch unter dem Aspekt der Weiterentwicklung von Röntgengeräten und der Verringerung der Belastung des Menschen durch die ionisierende Strahlung sowie die Verbesserung des Informationsgehaltes von Röntgenbildern ist die Erfindung von Bedeutung, indem durch den Einsatz von Röntgenoptiken beiden Forderungen in hervorragender Weise entsprochen wird. Durch die Realisierung einer Zeilenoptik unter Verwendung der beschriebenen optischen Elemente ist eine linienförmige parallele Durchstrahlung des Körpers und auf der Empfangsseite durch röntgenempfindliche Emp-

fängerzeilen bzw. Matrizen der Nachweis der Strahlenschwächungswerte möglich.

Die Digitalisierung und Speicherung der in den einzelnen Pixel der Zeile empfangenen Werte gestattet nach einer schnittförmigen Abtastung des gesamten Untersuchungsobjektes eine 3-D-Rekonstruktion des Bildes im Computer.

Die Verfügbarkeit von speziellen Programmen zur Bildmanipulation gestattet eine Erhöhung der Kontraste, der Falschfarbenuordnung, das heißt insgesamt eine erheblich verbesserte Bildauswertung. Die hohe Empfindlichkeit der Zeilen und die Verwendung der Röntgenoptiken gestatten, die Durchstrahlung mit geringen Intensitäten durchzuführen.

Durch Rotation von Strahlungsquelle, Optikelement und Empfänger als konstruktive Einheit um das Untersuchungsobjekt erhält man einen sehr einfachen, aber leistungsfähigen Tomographen, wobei bei dieser Arbeitsweise in der Längsachse des Untersuchungsobjektes eine Verschiebung der konstruktiven Einheit erfolgt und aus den einzelnen Schnitten die 3-dimensionale Rekonstruktion des Körpers ermöglicht wird.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie, wobei die von einer Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung ein Meßobjekt zur Aussendung der Fluoreszenzstrahlung anregt und diese Fluoreszenzstrahlung von einem Empfänger erfaßt und nachfolgend ausgewertet wird, dadurch gekennzeichnet, daß
 - die von mindestens einer zum Meßobjekt entfernt angeordneten Strahlungsquelle ausgesandte Strahlung mindestens einem Optikelement zugeführt wird,
 - die Strahlung in den Optikelementen parallelisiert und/oder fokussiert und/oder monochromatisiert wird,
 - die Strahlung nach Verlassen der Optikelemente auf das Meßobjekt trifft, dort die Fluoreszenzstrahlung erzeugt und die Fluoreszenzstrahlung von mindestens einem in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt angeordneten Detektionssystem empfangen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Strahlungsquelle eine Röntgenröhre oder ein Synchrotron oder eine Nuklidquelle ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Optikelement aus anorganischen oder organischen Materialien oder einer Kombination daraus besteht und eine Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aufweist, wobei die anorganischen Materialien beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und die organischen Materialien Polymere und/oder Polymergemische und/oder Komposite mit polymerer Matrix sein können.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Detektionssystem aus Szintillations- und/oder Proportional — und/oder Halbleiterdetektoren besteht.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Röntgenfluoreszenzspektroskopie stationär oder kontinuierlich erfolgt und das Meßobjekt entweder feststeht oder entlang der Optikelemente und/oder die Optikelemente ent-

lang dem Meßobjekt bewegt werden.

6. Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie, bestehend aus mindestens einer Strahlungsquelle zur Anregung und mindestens einem Detektor zum Empfang der Fluoreszenzstrahlung, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen Strahlungsquelle (1) und Meßobjekt (2) mindestens ein Optikelement (3) und in unmittelbarer Nähe zum Meßobjekt (2) mindestens ein Detektor (4) angeordnet ist.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß der Strahlungsausgang (1a) einer Röntgenröhre (1) mit dem Strahlungseingang (3a) eines Optikelementes (3) verbunden ist, wobei das Optikelement (3) in einem inneren Gehäuse (5), welches an seiner Unterseite eine Öffnung (6) und Detektoren (4) aufweist, angeordnet ist und das innere Gehäuse (5) von einem äußeren Gehäuse (7) umgeben ist, welches eine Öffnung (8) aufweist.

8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß das Optikelement aus anorganischen oder organischen Materialien oder einer Kombination daraus besteht und eine Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aufweist, wobei die anorganischen Materialien beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und die organischen Materialien Polymere und/oder Polymergemische und/oder Komposite mit polymerer Matrix sein können.

9. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Röntgenröhre (1) eine luftgekühlte Kleinleistungsröntgenröhre ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Öffnung (8) im äußeren Gehäuse (7) mit einem Fenster (9) verschlossen ist.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Fenster (9) aus Berillium oder einer Polymerfolie besteht.

12. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß das äußere Gehäuse (7) einen Flansch (10) aufweist.

13. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß an dem inneren Gehäuse (5) ein Kühlkörper (11) angeordnet ist.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß der Kühlkörper (11) eine Peltierbatterie ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Gehäuse (5 und 7) als Rohre ausgebildet sind, das Gehäuse (5) aus gut wärmeleitendem Metall besteht und die Gehäuse (5 und 7) thermisch voneinander isoliert sind.

16. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Detektor (4) als Ringdetektor mit Innenbohrung ausgebildet ist oder aus mehreren einzelnen Detektoren besteht, welche derart angeordnet sind, daß zwischen ihnen eine Öffnung für den Strahlendurchgang der Anregungsstrahlung gebildet wird.

17. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt angeordneten Optikelementes, bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und/oder Polymeren und/oder Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer Matrix zur Messung der Schichtdicke mittels Röntgenfluoreszenzspektroskopie.

18. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle

und Meßobjekt angeordneten Optikelementes, bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und/oder Polymeren und/oder Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer Matrix zur Materialanalyse in Kopplung mit einem Mikroskop. 5

19. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt angeordneten Optikelementes, bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und/oder Polymeren und/oder Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer Matrix zur kontinuierlichen linienförmigen Durchstrahlung des zu untersuchenden Objektes bzw. Körpers und damit Realisierung einer Zeilenoptik. 10 15

20. Verwendung eines zwischen Strahlungsquelle und Meßobjekt angeordneten Optikelementes, bestehend aus einer Vielzahl sehr dünner, hohler Kapillaren aus beispielsweise Glas und/oder Keramik und/oder Metall und/oder Polymeren und/oder Polymergemischen und/oder Kompositen mit polymerer Matrix zur Durchstrahlung des zu untersuchenden Objektes unter gleichzeitiger Rotation von Strahlungsquelle, Optikelement und Empfänger als konstruktive Einheit, um das zu untersuchende Objekt sowie Verschiebung der gesamten konstruktiven Einheit in der Längsachse und damit Realisierung eines Tomographen. 20 25 30

21. Optikelement nach Anspruch 19 oder 20, dadurch gekennzeichnet, daß eine Kreis — Zeilenoptik realisiert ist.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

35

40

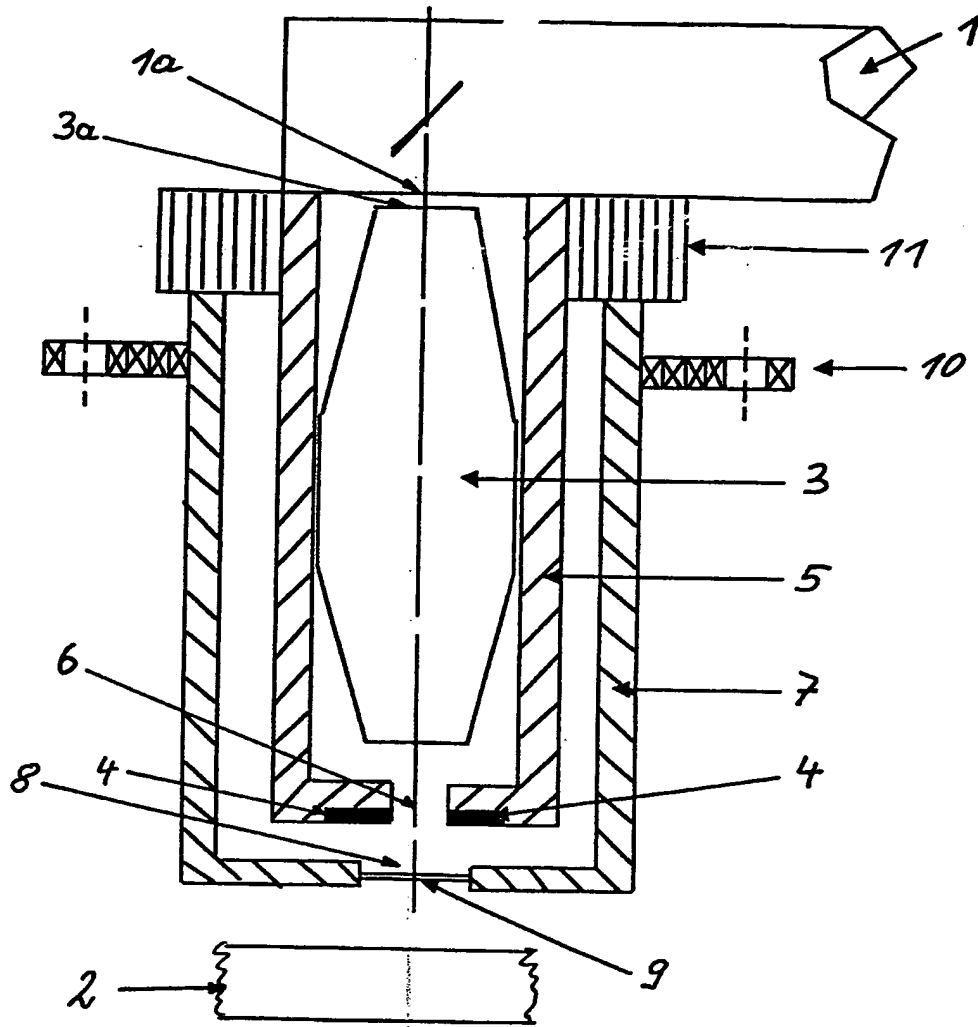
45

50

55

60

65



Verfahren und Vorrichtung zur Röntgenfluoreszenzspektroskopie

Publication number: DE4408057

Publication date: 1995-09-14

Inventor: LANGHOFF NORBERT PROF (DE); KUMACHOV MURADIN ABUBEKIROVIC (RU); GORNY HANS-EBERHARD (DE)

Applicant: IFG INST FUER GERAETEBAU GMBH (DE)

Classification:

- **international:** G01N23/223; G21K1/06; G01N23/22; G21K1/00; (IPC1-7): G01N23/223; G21K1/06

- **european:** G01N23/223; G21K1/06

Application number: DE19944408057 19940307

Priority number(s): DE19944408057 19940307

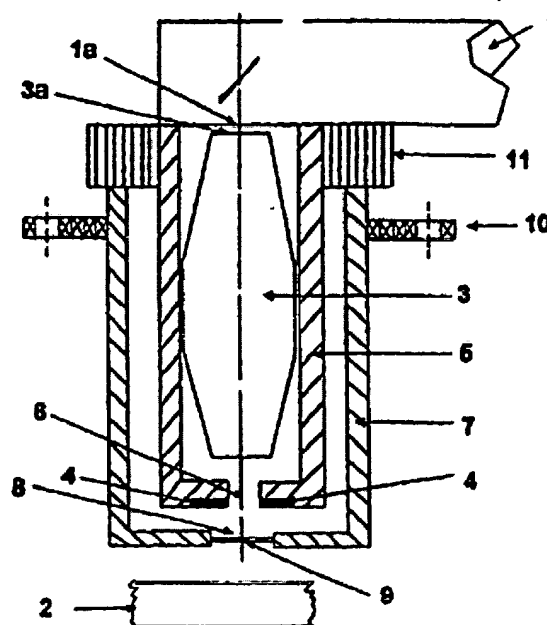
Also published as:

WO9524638 (A1)
EP0757790 (A1)
EP0757790 (A0)
EP0757790 (B1)

Report a data error here

Abstract of DE4408057

An X-ray process and device are disclosed for analysing substances and structures. The primary radiation emitted by a radiation source excites a test object to emit secondary radiation, and the secondary radiation is sensed and then evaluated by a receiver. The essential characteristic of the invention is that the passage of the primary or secondary radiation through at least optical elements that consist of a plurality of very thin hollow capillaries, for example made of glass, in which the radiation is paralleled, focused and/or made monochromatic, allows the radiation source or the receiver to be arranged at a distance in space from the test object and low intensity radiation sources to be used. The invention has special application for measuring the thickness of layers, for coupling X-ray fluorescence spectroscopy with microscopy, for designing line optics and for designing a simple but powerful tomograph. A device for continuously measuring in a non-destructive manner the thickness of layers while the layers are produced is illustrated in figure 1.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

Procedure and device for the x-ray fluorescent spectroscopy

Description OF DE4408057

The invention concerns a procedure and a device to the x-ray fluorescent spectroscopy, whereby the radiation sent by a radiation source energizes an item under test for sending the fluorescence radiation and this fluorescence radiation is seized by a receiver and evaluated in the following.

The invention is applicably for example on the areas of the measuring technique, in particular the process measuring technique, the material diagnostics and the medicine.

As new area of application are opened the continuous measuring of layer thickness, the coupling of the Röntgenfluoreszenzspektroskopie with the light microscopy as well as the new realization of Roentgen line optics and Tomographen.

The use of x-ray in the material and structure analytics as well as in the medical diagnostics and therapy has a long tradition. Progress in application and with the specific instrument technique occurred whenever research and development results of other technical disciplines and specialist areas transferred could be used and.

It was for example a long-preserved hope of physicists and engineers to get elements into the hand which permit a similar influence of x-ray, how this is possible in the optical range by the use of glass for lenses or light conductors.

The development and application of such optics however so far essentially ran in the context of military projects. Civilian use and application are not so far well-known.

The classical x-ray fluorescent spectroscopy finds for a long time in the material analysis use.

Technically with the x-ray fluorescent spectroscopy it is proceeded in such a way that the sample with the polychromatischen radiation of an x-ray tube or the monochromatic radiation of a source of nuclide, which can be examined, becomes lively sending the fluorescence radiation. The Roentgen fluorescence radiation develops, if by Roentgen quanta electrons in the atoms of the internal bowls on far are lifted outside convenient bowls and to the replacement other bowl electrons to drop back. Suggestion for fluorescence is possible also with gamma electron or ion beams. The Sekundärstrahlung is registered suitably and the signals are electronically continued to process.

Each Roentgen fluorescence spectrum emitted by an element exists to be identified contrary to the line-rich optical spectrum outer only few characteristic lines, on the basis those it clearly can. To the quantitative analysis apart from the energy also the intensity of the emitted radiation is measured, because this is proportional the content of the element concerned in the sample, i.e., the product of layer thickness and concentration.

Thus the x-ray fluorescent spectroscopy is suitable also in principle for the determination of the layer thickness.

To that well-known methods and x-ray fluorescent spectroscopy measuring instruments it is unfavorable that both the radiation source and the detection system must be arranged constructionally in direct proximity of the measuring point

The size of these building groups permitted to be avoided so far no construction solutions, with those larger losses both with the suggestion and the measuring intensity can unfavorable is likewise the high necessary radiation intensity of the radiation source resulting from this.

The invention is the basis the task to create a procedure and a device to the x-ray fluorescent spectroscopy whereby the radiation source does not have to be arranged in direct proximity of the item under test, radiation sources of small intensity to be used to be able and with simple and inexpensive means both continuous and intermittent measurements and analyses to be accomplished be able.

It is further task of the invention to open new areas of application for Roentgen optics.

These tasks solved according to invention by the characteristics in the characteristic part of the requirements 1 and 6 in connection with the respective generic terms as well as the requirements 16 to 19.

Appropriate arrangements of the invention are contained in the respective Unteransprüchen.

Special advantage invention exists therein that by the process of the radiation sent by a radiation source by an optics element, in which the radiation parallelisiert and/or is fokussiert and/or monochromatisiert and immediately after leaving the optics elements on the item under test meets, there produced the fluorescence radiation and from detection systems arranged in direct proximity to the item under test will receive the fluorescence radiation both a spatially removed application by the item under test and the use of radiation sources with small radiation intensity are made possible for the radiation source.

By the training of the optics element from inorganic or organic materials or a combination of it and the organization as a multiplicity of very thin, hollow capillaries, whereby the inorganic materials can be for example glass and/or ceramic(s) and/or Metall and the organic materials of polymers and/or polymer mixtures and/or Komposite with polymere matrix it is reached, that the Roentgen photons at the inner surfaces of the capillaries are totally reflected and steered by a before-computed curvature of the capillaries into a desired direction. The permissible radii of curvature and capillary diameter generally depend on the energy of the Roentgen photons and the optical demands.

A further advantage of the invention consists of the fact that the x-ray fluorescent spectroscopy takes place continuously or intermittent, whereby during the continuous measurement the item under test along the optics elements or the optics elements are moved along the item under test.

A simple structure of a device according to invention, consisting of at least one radiation source for suggestion and a detector for the receipt of the fluorescence radiation is realized by the fact that between radiation source and item under test at least one optics element is arranged and in direct proximity to the item under test at least one detector.

Particularly for the continuous measurement of the layer thickness during the process, for example the coating of carriers it laminates Metall for Oberflächenvergütung how the electron beam metal band vaporizing, which vacuum vaporizing of Kunststoffoli or the Spatabeschichtung of flat glass a economical structure of a device realized using an air-cooled small x-ray tube by the fact that the radiation exit of the small x-ray tube is connected with the radiation entrance of an optics element, whereby the optics element is arranged in an internal housing, which exhibits an opening and detectors at its lower surface, and which is surrounded by an outside housing internal housings, which likewise exhibits an opening.

An additional advantage of the invention results from the fact that by the use between radiation source and item under test hollow glass capillaries, existing to the intermittent material analysis the coupling with an optical microscope is made possible for arranged of optics element, for example of a multiplicity of very thin. This new area of application is particularly suitable for such samples, which extracted themselves from a preparation for the investigation in scanning electron microscopes.

Further new areas of application of the invention result from the use of the optics elements for the continuous linienförmigen radiography of the object which can be examined and thus a line optics or for the continuous radiography which can be examined of the body under simultaneous rotation of radiation source, optics element and receiver than constructional unit, over which can be examined the object as well as shift of the entire constructional unit in the longitudinal axis and thus realization of a Tomographen.

The invention is to be described below on the basis remark examples more near.

A device according to invention for the continuous non destructive measurement of the layer thickness during the layer production process is in the Fig. 1 represented.

The procedure-moderate operational sequence to the x-ray fluorescent spectroscopy consists with the fact of the fact that the radiation sent by a radiation source energizes an item under test for sending the fluorescence radiation and this fluorescence radiation is seized by a receiver and evaluated in the following, whereby from at least one to the item under test removes arranged radiation source sent radiation at least one optics element is supplied, radiation in the optics elements is parallelisiert and/or focused and/or monochromatisiert, which radiation meets immediately after leaving the optics elements on the item under test, there produced the fluorescence radiation and from detectors arranged in direct proximity to the item under test will receive in such a way produced fluorescence radiation.

As radiation source an air-cooled small achievement x-ray tube (1) finds use in the available remark example, whose microfocus is illustrated with the help of the optics element (3) on the item under test (2). The optics element (3) is constructionally in housings (5), internal as copper tube trained, arranged, which serve the cooling of the semiconductor detector (4), which is directly arranged over the measuring point. In this way a large part of the characteristic radiation of the detector (4), lively in the item under test (2), can

be seized. For the assembly of the detector (4) different constructional solutions are possible. The detector (4) can be implemented for example as ring detector with an interior drilling. Likewise a concentric structure is possible by a suitable number parallel claimant single detector, whereby the suggestion jet runs by an opening formed between the single detectors. Further it is also possible that in place of the semiconductor detector other detectors (4) with suitable physical and technical parameters are used.

In order to be able to make an installation of the compact device for example in recipients, in addition, around a thermal insulation to ensure, the heat conducting pipe (5) brought in in a further than pipe trained outside housings (7), which from the condenser tube (5) is isolated. This larger pipe (7) is provided in case of the assembly into a recipient with a flange (10). The electrical connections are led within the device.

The optics element (3) consists of thin, hollow glass capillaries, which were made of a special glass. The individual glass capillaries are joined to the complete optics element (3). To change and/or return thereby will it possible to focus divergente X-ray to change divergente X-ray into quasi parallel X-ray the radiation direction of the X-ray and the x-ray filter and monochromatisieren.

The internal housing (5) exhibits an opening (6), by which the radiation withdrawing from the optics element (3) runs. In the further process this radiation passes also the opening (8) with the window (9), arranged in the outside housing (7). The window (9) is trained in the available remark example from Berillum.

The produced Roentgen fluorescence radiation the opening (8) with the window (9) and is happened likewise seized by the detectors (4), arranged at the exterior surface of the internal housing (5), and evaluated and processed in, in the figure a not represented electronics circuit downstream.

At the internal housing (5) a Peltierbatterie (11) is arranged for cooling.

The available invention is not under any circumstances limited to the device described with this remark example. Rather it is possible to create by variation of the shown means further devices without leaving the framework of the invention.

Like that the described construction is suitable also for a coupling with an optical microscope. In this case the sample in the place, wished regarded in the microscope, for the analysis is marked and transported from the microscope position into the analysis position. The coupling of an optical microscope to a Roentgen fluorescence analytics part opens in particular application fields in the medicine, biology, environmental analytics, foodstuffs industry and in the pharmaceutical industry. A such coupling is particularly suitable for such samples, which extract themselves from a preparation for the investigation in scanning electron microscopes.

Also under the aspect of the advancement of x-ray units and the decrease of the load of humans by the ionizing radiation as well as the improvement of the information content of radiographs is the invention of importance, by by the use of Roentgen optics in outstanding way one corresponds to both demands. By the realization of a line optics using the described optical elements a linienförmige parallel radiography of the body is possible and on the receipt side by X-ray-sensitive receiver lines and/or stencils the proof of the jet attenuation values.

A 3-D-Rekonstruktion of the picture in the computer permits the digitization and storage of the values received in the individual pixels of the line after a schnittförmigen scanning of the entire investigation object.

The availability from special programs to the picture manipulation permits an increase of the contrasts, the wrong color allocation, i.e. altogether a substantially improved Bildauswertung. The high sensitivity of the lines and the D use of the Roentgen optics permit to accomplish the radiography with small intensities.

By rotation of radiation source, optics element and receiver as constructional unit around the investigation object one receives a very simple, but efficient Tomographen whereby with this function in the longitudinal axis of the investigation object a shift of the constructional unit takes place and from the individual cuts the three-dimensional reconstruction of the body is made possible.

Procedure and device for the x-ray fluorescent spectroscopy

Claims OF DE4408057

1. Procedure for the x-ray fluorescent spectroscopy, whereby the radiation sent by a radiation source energizes an item under test for sending the fluorescence radiation and this fluorescence radiation is seized by a receiver and evaluated in the following, by the fact characterized that

- from at least one to the item under test for arranged radiation source sent radiation removes at least one optics element is supplied,
- the radiation in the optics elements is parallelisiert and/or focused and/or monochromatisiert,
- the radiation after leaving the optics elements on the item under test meets, there the fluorescence radiation is produced and the fluorescence radiation from at least a detection system arranged in direct proximity to the item under test received.

2. Verfahren according to requirement 1, by the fact characterized that the radiation source is an x-ray tube or a synchrotron or a source of nuclide.

3. Procedure according to requirement 1, by the fact characterized that the optics element consists of inorganic or organic materials or a combination of it and exhibits a multiplicity of very thin, hollow capillaries, whereby the inorganic materials can be for example glass and/or ceramic(s) and/or Matall and the organic materials of polymers and/or polymer mixtures and/or Komposite with polymere matrix.

4. Procedure according to requirement 1, by the fact characterized that the detection system from scintillation and/or proportional - and/or exists semiconductor detectors.

5. Verfahren according to requirement 1, by the fact characterized that the x-ray fluorescent spectroscopy is certain stationarily or continuously taken place and the item under test either or is moved along the optics elements and/or the optics elements along the item under test.

6. Device to the x-ray fluorescent spectroscopy, consisting of at least one radiation source for suggestion and at least one detector for the receipt of the fluorescence radiation, by the fact characterized that between radiation source (1) and item under test (2) at least one optics element (3) is arranged and in direct proximity to the item under test (2) at least one detector (4).

7. Vorrichtung according to requirement 6, by the fact characterized that the radiation exit (1a) is connected to an x-ray tube (1) with the radiation entrance (3a) of an optics element (3), whereby the optics element (3) in an internal housing (5), which exhibits an opening (6) and detectors (4) at its lower surface, is arranged and the internal housing (5) is surrounded by an outside housing (7), which exhibits an opening (8).

8. Device according to requirement 6 or 7, by the fact characterized that the optics element consists of inorganic or organic materials or a combination of it and exhibits a multiplicity of very thin, hollow capillaries, whereby the inorganic materials can be for example glass and/or ceramic(s) and/or Matall and the organic materials of polymers and/or polymer mixtures and/or Komposite with polymere matrix.

9. Vorrichtung according to requirement 7, by the fact characterized that the x-ray tube (1) is an air-cooled small achievement x-ray tube.

10. Device according to requirement 7, by the fact characterized that the opening (8) is locked in the outside housing (7) with a window (9).

11. Device according to requirement 10, by the fact characterized that the window (9) consists of Berillum or a polymer foil.

12. Device according to requirement 7, by the fact characterized that the outside housing (7) exhibits a flange (10).

13. Device according to requirement 7, by the fact characterized that at the internal housing (5) a radiator box (11) is arranged.

14. Device according to requirement 13, by the fact characterized that that the radiator box (11) is a Peltierbatterie.

15. Vorrichtung according to requirement 7, by the fact characterized that the housings (5 and 7) are designed as pipes, which consist housing (5) of well heat conducting metal and which is thermally from each other isolated housings (5 and 7).

16. Device according to requirement 6 or 7, by the fact characterized that the detector (4) is designed as ring detector with interior drilling or consists of several individual detectors, which are in such a manner arranged that between them an opening for the jet passage of the suggestion radiation is formed.

17. Verwendung of an optics element, consisting of a multiplicity of very thin, arranged between radiation source and item under test, hollow capillaries out for example glass and/or ceramic(s) and/or Metall and/or polymers and/or polymer mixtures and/or Kompositen with polymere matrix for the measurement of the layer thickness by means of x-ray fluorescent spectroscopy.

18. Use of an optics element, consisting of a multiplicity of very thin, arranged between radiation source and item under test, hollow capillaries out for example glass and/or ceramic(s) and/or Metall and/or polymers and/or polymer mixtures and/or Kompositen with polymere matrix to the material analysis in coupling with a microscope.

19. Verwendung of an optics element, consisting of a multiplicity of very thin, arranged between radiation source and item under test, hollow capillaries out for example glass and/or ceramic(s) and/or Metall and/or polymers and/or polymer mixtures and/or Kompositen with polymere matrix for the continuous linienförmigen radiography which can be examined of the object and/or body and thus realization of a line optics.

20. Use of an optics element, consisting of a multiplicity of very thin, arranged between radiation source and item under test, hollow capillaries out for example glass and/or ceramic(s) and/or Metall and/or polymers and/or polymer mixtures and/or Kompositen with polymere matrix for the radiography of the object under simultaneous rotation, which can be examined, of radiation source, optics element and receiver as constructional unit, over which can be examined the object as well as shift of the entire constructional unit in the longitudinal axis and thus realization of a Tomographen.

21. Optics element according to requirement 19 or 20, by the fact characterized that circle - line optics is realized.

DATA supplied from the DATA cousin **esp@cenet** - Worldwide